



⑮ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 102 52 519 A 1**

⑤⑦ Int. Cl.⁷:
C 09 K 11/70
H 05 B 33/12

⑲ Aktenzeichen: 102 52 519.6
⑳ Anmeldetag: 12. 11. 2002
㉑ Offenlegungstag: 28. 5. 2003

DE 102 52 519 A 1

③① Unionspriorität:
10/008051 13. 11. 2001 US
⑦① Anmelder:
Durel Corp., Chandler, Ariz., US
⑦④ Vertreter:
Rehberg und Kollegen, 37073 Göttingen

⑦② Erfinder:
Thomas, Alan C., Gilbert, Ariz., US

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

- ⑤④ Verfahren zur Behandlung von zuvor beschichteten Phosphorteilchen
⑤⑦ Teilchen aus elektrolumineszentem Phosphor mit einer feuchtigkeitsbeständigen Beschichtung werden noch einmal durch Behandeln des Phosphors in einem fluidisierten Bett mit einer Mischung von Wasserdampf und einer organischen Trichlorsilanverbindung für ungefähr 30 min beschichtet. Die resultierende Siloxanbeschichtung verbessert die Feuchtigkeitsbeständigkeit des Phosphors weiter.

DE 102 52 519 A 1

Beschreibung

- [0001] Die Erfindung bezieht sich auf die Herstellung von Feinteilchen aus Phosphor für elektrolumineszente (EL-)Lampen und insbesondere auf ein Verfahren zur Behandlung von zuvor beschichteten Phosphorteilchen, um ihre elektrische Stabilität zu verbessern, ohne ihre Helligkeit zu beeinträchtigen.

STAND DER TECHNIK

- [0002] Ein EL-Panel ist im Wesentlichen ein Kondensator mit einer dielektrischen Schicht zwischen zwei leitenden Elektroden, von denen eine eine transparente Metallschicht, wie beispielsweise Indiumzinnoxid (ITO), ist. Die dielektrische Schicht umfasst ein mit Kupfer dotiertes ZnS-Phosphorpulver oder es gibt benachbart der dielektrischen Schicht eine separate Schicht aus Phosphorpulver. Das Phosphorpulver strahlt in der Anwesenheit eines starken elektrischen Felds Licht ab, wobei sehr wenig Strom verbraucht wird.
- [0003] EL-Phosphorteilchen sind Zinksulfid-basierte Materialien, die gemeinhin eine oder mehrere Verbindungen, wie beispielsweise Kupfersulfid (Cu_2S), Zinkselinid (ZnSe) und Kadmiumsulfid (CdS), in fester Lösung innerhalb der Zinksulfidkristallstruktur oder als zweite Phasen oder Domänen innerhalb der Partikelstruktur umfassen. EL-Phosphore enthalten gemeinhin moderate Mengen an anderen Materialien, so wie Dotierungsmittel, beispielsweise Brom, Chlor, Mangan, Silber usw., Farbzentren, Aktivatoren oder zum Modifizieren der Defekte in den Teilchengittern, um die Eigenschaften des Phosphors wie gewünscht zu verändern.
- [0004] Ein kupferaktivierter Zinksulfidphosphor erzeugt unter Anwendung eines elektrischen Felds blaues und grünes Licht, und ein kupfer-/manganaktiviertes Zinksulfid erzeugt unter Anwendung eines elektrischen Felds oranges Licht. Zusammen erzeugen die Phosphore unter Anwendung eines elektrischen Felds weißes Licht.
- [0005] Phosphorteilchen können abhängig von dem Herstellungsprozess und der Behandlung nach dem Herstellungsprozess, wie beispielsweise Vermahlen, von unterschiedlicher Größe sein.
- [0006] EL-Phosphorteilchen mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 1 bis 50 μm , vorzugsweise 10 bis 40 μm werden typischerweise für schirmbedruckte und walzbeschichtete EL-Panels verwendet. Phosphorteilchen, die zu groß sind, können bei der Ausbildung von sehr dünnen Phosphorschichten stören, können in eine Körnigkeit oder Ungleichmäßigkeit der Lichtausgabe resultieren und neigen typischerweise dazu, sich während der Herstellung zu schnell aus Suspensionen abzusetzen. Phosphorteilchen, die zu klein sind, können sich während ihrer Verwendung aufgrund der größeren relativen Oberfläche schneller zersetzen, sie können agglomerieren und nicht frei fließen, und sie können bei hohen Ladungen nur schwer mit Bindemitteln zu vermischen sein. Die Lumineszenz von Phosphor geht mit der Zeit und der Verwendung zurück, insbesondere dann, wenn der Phosphor Feuchtigkeit ausgesetzt wird.
- [0007] Es ist im Stand der Technik bekannt, Phosphore mit einer feuchtigkeitsresistenten Beschichtung einzukapseln, um die Leistungsfähigkeit des Phosphors zu verbessern. Einkapselte Phosphorteilchen werden unter Verwendung eines Reaktors mit einem fluidisierten Bett mit einer im Wesentlichen durchgängigen Beschichtung aus einem oder mehreren Metalloxyden beschichtet. Insbesondere werden Metalloxydbeschichtungen durch Einführen geeigneter Vorformen in einer Zone und Hydrolyse mit Wasserdampf in einer anderen Zone des Reaktors hergestellt. Das fluidisierte Bett hält die Agitation und Teilchenseparation aufrecht, so dass die Beschichtungen auf der Oberfläche jedes Partikels aufwachsen können und nicht die Partikel miteinander verbinden. Die Metalloxydbeschichtung ist im Wesentlichen transparent und ist typischerweise zwischen etwa 0,1 bis 3,0 μm dick, vorzugsweise zwischen etwa 0,1 und 0,5 μm . Beschichtungen, die zu dünn sind, können für Feuchtigkeit durchlässig sein. Beschichtungen, die zu dick sind, können zu wenig transparent sein. Für Beispiele siehe die US-Patente 5,418,062 (Budd), 5,439,705 (Budd), 5,593,782 (Budd), 5,080,928 (Klinedinst) und 5,220,243 (Klinedinst).
- [0008] Eine Aluminiumoxydbeschichtung, die ausgebildet ist, wie es in den Klinedinst-Patenten beschrieben ist, neigt dazu, mit Wasser zu reagieren, wobei Aluminiumhydroxyd ($\text{Al}(\text{OH})_3$) entsteht, was die Lampenmaterialien beschädigt. Ein Weglassen der Aluminiumoxydbeschichtung ist wegen der Vorteile dieser Beschichtung nicht wünschenswert. Das US-Patent 5,151,215 (Sigai) beschreibt das Problem der Hydratation/Auflösung der Aluminiumoxydbeschichtung auf fluoreszenten Phosphorteilchen und schlägt vor, die Partikel auf eine Temperatur von 700 bis 850°C zu erhitzen, um das Problem zu beseitigen. EL-Phosphore können solchen Temperaturen nicht unbeeinträchtigt widerstehen. So bleibt das Problem des Überwindens eines Problems mit einer Beschichtung, ohne die Vorteile dieser Beschichtung aufzugeben.
- [0009] Es ist im Stand der Technik bekannt, die Phosphorteilchen mit Polyharnstoffsilazan zu beschichten, um die Adhäsion und die hydrolytische Stabilität zu verbessern, siehe beispielsweise die als WO 99/35889 veröffentlichte PCT-Anmeldung (Kosa et al). Obwohl das Verfahren recht effektiv ist, gibt es Probleme mit der Entsorgung von Abfalllösungsmitteln und mit dem Trocknen der nassen Phosphorpartikel.
- [0010] Es ist bekannt, dass Chlorsilanverbindungen mit Wasser oder Alkohol reagieren, um reaktive Silanole zu bilden. Die Reaktion von Silanolen, um an eine oxydartige Oberfläche (die Hydroxylgruppen enthält) anzubinden, wird normalerweise in einem inerten organischen Lösungsmittel oder in dem reaktiven Alkohol ausgeführt, der als Lösungsmittel dient; siehe A Guide to Dow Corning Silane Coupling Agents, 1985, Dow Corning Corp.

AUFGABE DER ERFINDUNG

- [0011] Aus dem Blickwinkel des voranstehenden ist es deshalb eine Aufgabe der Erfindung, die Feuchtigkeitsbeständigkeit einer EL-Lampe zu verbessern.
- [0012] Eine andere Aufgabe der Erfindung ist es, ein verbessertes Verfahren zur Beschichtung von beschichtetem Phosphor bereitzustellen.
- [0013] Eine weitere Aufgabe der Erfindung ist es, eine neue Gruppe von Materialien für die Beschichtung von Phosphorteilchen bereitzustellen.

[0014] Die vorgenannten Ziele werden von dieser Erfindung erreicht, bei der herausgefunden wurde, dass das Vorsehen einer zweiten Beschichtung auf den Phosphorteilchen die Lebensdauer, Helligkeit und Feuchtigkeitsbeständigkeit der Teilchen verbessert. Konkret werden die Teilchen in einem Reaktor mit einem fluidisierten Bett mit Alkyl- oder Acrylchlorsilanverbindungen behandelt, wodurch die Teilchen substantiell beschichtet werden und die Beständigkeit des Phosphors gegenüber Hochtemperatur-, Hochfeuchtigkeitsumgebungen stark verbessert wird. Volatile Chlorsilane, die als Dampf in einem inerten Trägergas als eine wasserreaktive Spezies transportiert werden, erzeugen Siloxan direkt auf der Oberfläche der Phosphorpartikel in einem fluidisierten Bett. Eine neue Gruppe von oberflächenaktiven Siloxanen zur Verwendung auf beschichteten EL-Phosphoren ist erfunden worden.

KURZBESCHREIBUNG DER FIGUREN

[0015] Ein vollständigeres Verständnis der Erfindung kann durch Erwägung der folgenden detaillierten Beschreibung in Verbindung mit den beigelegten Zeichnungen erhalten werden, in denen:

[0016] Fig. 1 ein Diagramm einer Vorrichtung ist, die für die erfindungsgemäße Behandlung von Phosphorteilchen geeignet ist;

[0017] Fig. 2 die Strukturformel von Phenyltrichlorsilan zeigt;

[0018] Fig. 3 die Strukturformel von n-Propyltrichlorsilan zeigt;

[0019] Fig. 4 die Strukturformel von tert-Butyltrichlorsilan zeigt;

[0020] Fig. 5 die Strukturformel von Hexamethyldisilazan zeigt;

[0021] Fig. 6 die Strukturformel von Diethylamintrimethylsilan zeigt;

[0022] Fig. 7 eine Auftragung von Daten eines ersten Dampfeinweichtests ist;

[0023] Fig. 8 eine Auftragung von Daten eines ersten Energieversorgungstests ist;

[0024] Fig. 9 eine Auftragung von Daten eines zweiten Energieversorgungstests ist;

[0025] Fig. 10 eine Auftragung von Daten eines zweiten Dampfeinweichtests ist;

[0026] Fig. 11 eine Auftragung von Daten eines dritten Energieversorgungstests ist; und

[0027] Fig. 12 ein Querschnitt einer EL-Lampe ist, die gemäß der Erfindung hergestellt ist.

DETAILLIERTE BESCHREIBUNG DER ERFINDUNG

[0028] In Fig. 1 ist ein Reaktor 11 mit einem fluidisierten Bett mit einer abgemessenen Menge an beschichtetem Phosphor 12 teilweise gefüllt. Der Reaktor 11 ist mit Glaswolle bedeckt (nicht gezeigt), falls er mit einer Haube abgedeckt ist, oder er wird über einen Anschluss 13 zu einem geeigneten Auslass hin entlüftet. Wasser und Reagenz werden getrennt voneinander in den Kammern 15 und 17 in Stickstoffträgergas verdampft. Eine gemeinsame Stickstoffquelle (nicht gezeigt) kann verwendet werden, oder es können getrennte Quellen verwendet werden. Ventile 18 und 19 sind stromab der Kammern 15 und 17 angeordnet. Zusätzliche Ventile oder Strömungsmesser können hinzugefügt werden. Das Ventil 18 steuert die Strömung von Wasserdampf zum Grund des Reaktors 11, und das Ventil 19 steuert die Strömung des Reaktanten. Eine Heizung 21 wird vorzugsweise nicht verwendet, und die Reaktion erfolgt bei Umgebungstemperatur, beispielsweise 20°C. Beschichtungen sind erfolgreich bei Temperaturen bis zu 150°C aufgebracht worden, aber es gibt keinen Grund, die Kosten des Verfahrens dadurch zu erhöhen, dass es bei höherer Temperatur als Umgebungstemperatur durchgeführt wird. Das Ventil 18 wird als erstes geöffnet und als letztes geschlossen. Das Ventil 19 wird als zweites geöffnet und bleibt für ungefähr 30 min. offen. Nachdem die Ventile geschlossen sind, wird der doppelt beschichtete Phosphor dann in einen oder mehrere Lagerbehälter gegossen. Es ist nicht notwendig, den Phosphor zu sieben. Der Reaktor kann nach der Verwendung mit Stickstoff gespült werden. Die mechanischen Aspekte des Verfahrens sind nicht kritisch.

[0029] Von der Metalloxydbeschichtung auf dem Phosphor wird angenommen, dass sie anhängend an bestimmten Elementen, in der Regel Silikon, Titan oder Aluminium, Hydroxylgruppen (OH-Gruppen) aufweist. Die Silanverbindung wird durch Hydrolyse in dem fluidisierten Bett in Silanol umgewandelt. Das Silanol reagiert mit den Hydroxylgruppen auf der Oberfläche der ersten Beschichtung, um das Silikon über ein Sauerstoffatom an die Oberfläche zu binden, wodurch eine zweite Beschichtung ausgebildet wird, die das Phosphorteilchen einkapselt.

Beispiel

[0030] 3.700 g Phosphorpulver wurden in einen Reaktor mit einem Durchmesser von 150 mm gegeben. Wasserdampf strömte mit einer Rate von 6,13 Litern pro Minute, und das Reagenz strömte für 30 min. mit 1,82 l/min. Phenyltrichlorsilan (PTCS, s. Fig. 2), n-Propyltrichlorsilan (Fig. 3) und tert-Butyltrichlorsilan (Fig. 4) arbeiteten erfolgreich. Hexamethyldisilazan (Fig. 5) und Diethylamintrimethylsilan (Fig. 6) funktionierten nicht.

[0031] Es wird erwartet, dass die Verwendung anderer organischer Trichlorsilane (Alkyl- und Aryltrichlorsilane) funktioniert. Die Sinnhaftigkeit kann durch die Volatilität des Chlorsilans beschränkt sein, d. h. wenig volatile Verbindungen mit hohen Molekulargewichten werden nicht sinnvoll sein. Es wird angenommen, dass Alkoxysilane und Dichlor- sowie Monochlorsilan ebenfalls funktionieren. Die Trichlorverbindungen sind jedoch am günstigsten, weil sie von größerer kommerzieller Verfügbarkeit, größerer Reaktivität und besserer Volatilität als die Alkoxyverbindungen sind.

[0032] Die Strömungen und Zeiten sind nicht kritisch. In einem anderen, auf 400 g Phosphor bezogenen Experiment betrug die Strömung des Wasserdampfs 3,5 l/min. und die Strömung der Vorform (PTCS) betrug 0,6 l/min. Weil die Behandlung eine Hydrolyse umfasst, ist ein Überschuss an Wasser bevorzugt. Das Verhältnis des Wasserdampfs zu der Vorform kann von 2 : 1 bis 8 : 1 und mehr reichen. Bei 4.000 g-Proben waren Zeiten von 5 min und 60 min in gleicher Weise effektiv.

[0033] Es gibt viele Wege, EL-Lampen zu testen, und es ist kommerziell unrealistisch, zu versuchen, EL-Lampen er-

DE 102 52 519 A 1

schöpfend zu testen, d. h. bezüglich aller möglichen Variablen. Es ist z. B. herausgefunden worden, dass HL-Lampen, die mit einer Wechselstromquelle betrieben werden, sich unterschiedlich zu HL-Lampen verhalten, die mit einem Wechselrichter betrieben werden.

- [0034] Zwei Tests haben sich als vernünftige Indikatoren der zu erwartenden Lampenleistungsfähigkeit herausgestellt.
- 5 Bei einem ersten Test, der als der "Wechselrichtereinweichtest" bezeichnet wird, werden die Lampen bei 65°C einer relativen Feuchtigkeit von 95% ausgesetzt. Die Lampen werden während dieser Aussetzung nicht betrieben, sondern sie werden entfernt sowie über einen Wechselrichter betrieben, um Daten aufzunehmen, und dann werden die Lampen in die Feuchtekammer zurückgebracht. Der Wechselrichtereinweichtest zeigt die relative Stabilität der Lampen bei Lagerung an. Bei einem zweiten Test, der als "Energieversorgungstest" bezeichnet wird, werden die Lampen über eine Wechselstrom abgebende Energiequelle in einer Kammer betrieben, die eine relative Feuchtigkeit von 95% und eine Temperatur von 65°C aufweist. Der zweite Test zeigt die Beständigkeit der Lampe gegenüber Korrosion und Zersetzung aufgrund von elektrochemischen Effekten an.

Wechselrichtereinweichtest Nr. 1

- 15 [0035] Eine von HL-Lampen, die wie oben beschrieben mit Phenyltrichlorsilan behandelt waren, wurden bei 65°C und 95% Feuchtigkeit gelagert, dann kurz über einen Wechselrichter betrieben, während die Helligkeit (ft-L) gemessen wurde. Die Lampen wurden mit ungefähr 50 VRMS, 250 Hz betrieben.

20	Phosphor	225	225	604	604	615	615
	Stunden	DM	RM	DM	RM	DM	RM
	0	4.13	4.28	1.92	1.85	2.31	2.28
	44	3.17	3.40	1.84	1.68	1.41	1.82
25	86	3.15	3.47	1.58	1.68	1.62	2.04
	163	3.38	3.49	1.70	1.72	1.90	2.02
	215	3.48	3.82	1.76	1.76	1.92	2.03
30	258	3.57	3.58	1.74	1.72	1.89	2.00
	358	3.53	3.60	1.82	1.71	1.88	2.05
	427	3.49	3.57	1.84	1.72	2.02	2.02
	524	3.42	3.58	1.68	1.71	1.87	2.13
35	645	3.94	4.06	1.72	1.52	1.96	1.94

- [0036] Die drei gelisteten Phosphore sind von Durel Corporation, Chandler, Arizona erhältlich. Der Typ 225 Phosphor ist ein grüner Phosphor, der Typ 604 Phosphor ist ein blauer Phosphor, und der Typ 615 ist ein blaugrüner Phosphor. Alle drei Phosphore sind mit Silikondioxyd und Titandioxyd beschichtet. "DM" bezieht sich auf eine zweite Beschichtung, wie sie in Verbindung mit Fig. 1 beschrieben wurde, unter Verwendung von Phenyltrichlorsilan. "RM" bezieht sich auf eine zweite Beschichtung, wie in der oben identifizierten veröffentlichten PCT-Anmeldung beschrieben wurde, unter Verwendung von Polyharnstoffsilazan.

- [0037] Die Daten sind in Fig. 7 aufgetragen. In allen nachfolgenden Auftragsungen sind die Daten für Lampen, die gemäß der Erfindung beschichtet sind, mit durchgezogener Linie aufgetragen, und die Daten für Lampen, die gemäß dem Stand der Technik beschichtet sind, sind mit gestrichelter Linie aufgetragen. Der starke Abfall in der Helligkeit bei dem 615DM-Phosphor bei 44 Stunden (Kurve 31) wird nicht verstanden. Es kann sein, dass die Lampen, die mit 615DM-Phosphor hergestellt wurden, zuerst getestet wurden, und die anderen Proben vor dem Testen leicht trockneten.

- [0038] Der letzte Datenpunkt für jede Kurve (die Reihe der Daten bei 545 Stunden in der obigen Tabelle) wurde aufgenommen, nachdem die Lampen aus der Einweichkammer entfernt worden waren und es ihnen ermöglicht worden war, vor dem Testen zu trocknen. Außer bei dem 225RM-Phosphor (Kurve 32) erhielten sich die Lampen gemäß der Erfindung besser als die anderen Lampen. Bei allen getesteten Phosphoren und Beschichtungen sind die Ergebnisse Mittelwerte von Variationen in der Chemie auf einem sehr lokalen Niveau, und die Mittelwerte können sich bei kleinen Unterschieden der Chemie signifikant verschieben.

Energieversorgungstest 1

- [0039] Eine Mehrzahl von HL-Lampen, die wie oben mit Phenyltrichlorsilan behandelt waren, wurden bei 65°C und 95% Feuchtigkeit gelagert, während sie kontinuierlich über eine Stromquelle mit 80 VRMS, 200 Hz betrieben wurden.
- 60 Die Helligkeit (ft-L) wurde ohne Unterbrechung des Betriebs gemessen.

Phosphor	225	225	604	604	615	615
Stunden	DM	RM	DM	RM	DM	RM
0	8.40	8.21	4.42	4.15	6.74	6.47
23	8.14	7.85	4.00	3.73	6.61	6.32
74	8.98	8.58	3.18	2.98	5.90	5.66
86	6.49	6.08	2.92	2.74	5.67	5.38
119	6.17	5.89	2.78	2.66	5.54	5.29
144	5.80	5.45	2.55	2.39	5.25	4.95
197	5.14	4.74	2.17	2.02	4.77	4.41
265	4.67	4.25	1.82	1.68	4.27	3.89
315	4.23	3.97	1.68	1.57	4.09	3.70
358	4.08	3.79	1.53	1.40	3.85	3.43
459	3.87	3.35	1.29	1.18	3.41	3.02
629	3.35	3.15	1.16	1.05	3.21	2.81
627	3.03	2.87	1.01	0.90	2.85	2.52

[0040] Die Daten von diesem Test sind in Fig. 8 aufgetragen. Wie gesehen werden kann, zeigt die Leistung der gemäß der Erfindung beschichteten Lampen verbesserte Helligkeit über den gesamten Test hinweg.

Energieversorgungstest 2

[0041] Eine Mehrzahl von HL-Lampen, die wie oben beschrieben wurde, mit Phenyltrichlorsilan behandelt waren, wurden bei 85°C (20° höher als in Test 1) und 95% Feuchtigkeit gelagert, während sie kontinuierlich über eine Energiequelle mit 80 VRMS, 200 Hz betrieben wurde. Die Helligkeit (ft-L) wurde ohne Unterbrechung des Betriebs gemessen.

Phosphor	225	225	604	604	615	615
Stunden	DM	RM	DM	RM	OM	RM
0	8.45	8.25	4.43	4.18	6.73	6.44
24	7.15	6.98	3.18	3.01	6.13	5.84
46	5.92	5.84	2.47	2.39	5.33	5.08
67	5.12	5.07	2.04	2.01	4.79	4.59
118	3.83	3.74	1.39	1.36	3.71	3.60
140	3.45	3.46	1.24	1.23	3.39	3.30
163	3.19	3.24	1.12	1.10	3.14	3.06
189	2.88	2.90	0.99	0.98	2.85	2.80
239	2.44	2.48	0.82	0.81	2.45	2.41
309	1.98	2.02	0.64	0.64	1.99	1.97
382	1.64	1.72	0.51	0.52	1.61	1.62
503	1.20	1.30	0.37	0.39	1.15	1.20

[0042] Die Daten für diesen Test sind in Fig. 9 aufgetragen. Erneut verhielt sich der Phosphor, der gemäß der Erfindung beschichtet war, besser als Teilchen, die gemäß dem Stand der Technik beschichtet waren. Es scheint so, als wenn die Daten nach ungefähr 118 Stunden konvergieren. Zu diesem Zeitpunkt liegen die Lampen jedoch unterhalb der Hälfte ihrer anfänglichen Helligkeit, was der Definition der Lampenlebensdauer entspricht. Die Lampenlebensdauer ist bei normaler Verwendung normalerweise viel länger. Ein Energieversorgungstest bei 85°C ist ein harter Test, der ausgelegt wurde, um die Abnutzung bei einer Lampe zu beschleunigen.

Wechselrichtereinweichtest Nr. 2

[0043] Eine Mehrzahl von HL-Lampen, die aus unterschiedlichen Phosphoren hergestellt waren, welche wie oben beschrieben, mit Phenyltrichlorsilan behandelt waren, wurde bei 65°C und 95% Feuchtigkeit gelagert, dann wurden sie kurz über einen Wechselrichter betrieben, während die Helligkeit (ft-L) gemessen wurde. Die Lampen wurden mit ungefähr 50 VRMS, 250 Hz betrieben. BL40 ist ein grüner, aluminiumoxydbeschichteter Phosphor, der von Osram Sylvania

DE 102 52 519 A 1

vertrieben wird. TNE400 ist ebenfalls ein grüner, aluminiumoxydbeschichteter Phosphor, der von Osram Sylvania vertrieben wird. Wie zuvor wurde die letzte Zeile der Daten aufgenommen, nachdem die Lampen aus der Einweichkammer entfernt worden waren und es ihnen ermöglicht worden war, vor dem Testen zu trocknen.

	unbeschichtet	beschichtet	unbeschichtet	beschichtet
Stunden	EL40	EL40	TNE400	TNE400
0	2.19	1.84	2.83	1.95
46	1.76	1.89	2.15	2.01
123	1.79	1.74	2.15	1.95
167	1.89	1.81	2.23	2.02
218	2.01	1.85	2.41	2.10
287	2.02	1.89	2.41	2.12
335	1.97	1.88	2.57	2.27
458	1.86	1.78	2.16	2.02
526	1.90	1.80	2.30	2.06
551	1.98	1.91	2.55	2.12

[0044] Die Daten von diesem Test sind in Fig. 10 aufgetragen, wobei die Kurve 33 unbeschichteten TNE400 und die Kurve 34 beschichteten TNE400 wiedergibt. Die zweite Beschichtung reduzierte die Helligkeit, insbesondere die anfängliche Helligkeit, stellte aber etwas mehr konsistenten Betrieb bereit. Die Energieversorgungstests waren günstiger.

Energieversorgungstest 3

[0045] Eine Mehrzahl von EL-Lampen, die wie oben beschrieben mit Phenyltrichlorsilan behandelt worden waren, wurde bei 65°C und 95% Feuchtigkeit gelagert, während sie kontinuierlich über eine Energiequelle mit 80 VRMS, 200 Hz betrieben wurde. Die Helligkeit (ft-L) wurde ohne Unterbrechung des Betriebs gemessen.

	unbeschichtet	Beschichtet	unbeschichtet	beschichtet
Stunden	EL40	E140	TNE400	TNE400
0	5.41	5.53	6.03	5.93
19	5.21	5.38	5.98	5.95
41	4.77	4.88	5.41	5.42
68	4.21	4.44	4.86	4.95
142	3.38	3.63	3.83	4.12
186	2.94	3.28	3.31	3.69
235	2.57	2.96	2.91	3.36
306	2.17	2.53	2.41	2.90
354	1.90	2.26	2.17	2.61
403	1.76	2.12	2.01	2.46

[0046] Diese Daten sind in Fig. 11 aufgetragen, wobei die Kurve 41 beschichteten TNE400 und die Kurve 44 unbeschichteten TNE400 wiedergibt. Die Kurve für beschichteten EL40 beginnt etwas unter der Kurve für unbeschichteten TNE400, ist aber am Ende des Tests etwas höher (heller). Die Lampen, die gemäß der Erfindung beschichtet waren, widerstanden dem Test besser als unbeschichtete Lampen.

[0047] Fig. 12 ist ein Querschnitt einer EL-Lampe, die gemäß der Erfindung konstruiert ist. Die verschiedenen Schichten sind nicht in ihren tatsächlichen Proportionen wiedergegeben. Die Lampe umfasst ein transparentes Substrat 61, einen Bogen eines bi-axial orientierten Kunststoffes, wie beispielsweise Polyester oder Polycarbonat. Eine transparente Vorderelektrode 62 liegt über dem Substrat 61 und ist eine dünne Schicht aus Indiumzinnoxid, Indiumoxyd oder einem anderen transparenten Leiter. Eine Phosphorschicht 65 bedeckt die Vorderelektrode und eine dielektrische Schicht 66 bedeckt die Phosphorschicht. Die Schichten 65 und 66 sind in einigen Anwendungen miteinander kombiniert. Die dielektrische Schicht 66 wird von einer opaken Hinterelektrode 68 abgedeckt. Eine optionale Stützschiicht 69 kann ebenfalls vorgesehen sein, beispielsweise zum Abdichten der Lampe 60. Wenn doppelt beschichtete Phosphorpartikel verwendet werden, gibt es keine Notwendigkeit für eine Abdichtschicht.

[0048] Die Erfindung verbessert so die Feuchtigkeitsbeständigkeit einer EL-Lampe durch Beschichten der Lampe bzw. ihrer leuchtenden Teilchen mit einem Material aus einer neuen Gruppe von Materialien. Das Beschichtungsverfahren ist dahingehend verbessert, dass die verwendeten Materialien keine Entsorgungsprobleme darstellen, wie sie bei Lösungsmittelsystemen des Stands der Technik gegeben sind.

[0049] Nachdem die Erfindung so beschrieben wurde, wird es dem Fachmann deutlich sein, dass verschiedene Modi-

DE 102 52 519 A 1

fikationen innerhalb des Schutzbereichs erfolgen können. Zum Beispiel können, obwohl Stickstoff ein kostengünstiges, reichlich vorhandenes und leicht zu handhabendes Trägergas ist, können auch andere Gase, wie beispielsweise Argon an seiner Stelle verwendet werden. Die gegebenen Daten sind nur beispielhaft. Daten, die in einer feuchteren (relative Luftfeuchtigkeit > 95%) oder kälteren (Raumtemperatur < 23°) Umgebung aufgenommen werden, können hiervon abweichen.

5

Patentansprüche

1. Verfahren zum Behandeln von Teilchen, wobei das Verfahren die Schritte aufweist:
 - a) Bereitstellen eines fluidisierten Betts der Teilchen;
 - b) Verdampfen von Wasser in einem ersten Trägergas, um eine erste Gasmischung auszubilden;
 - c) Verdampfen einer organischen Trichlorsilanverbindung in einem zweiten Trägergas, um eine zweite Gasmischung auszubilden;
 - d) Hindurchführen der ersten Gasmischung und der zweiten Gasmischung durch das fluidisierte Bett, um eine Siloxanbeschichtung auf den Partikeln auszubilden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der Hindurchführschritt ohne Zufuhr von Wärme zu dem fluidisierten Bett oder den Trägergasen ausgeführt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei der Hindurchführschritt bei Raumtemperatur ausgeführt wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei das erste Trägergas dasselbe Gas ist wie das zweite Trägergas.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei die Teilchen elektrolumineszenten Phosphor und eine Beschichtung aus Metalloxid aufweisen.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei der Schritt d) für ungefähr 30 min. fortgesetzt wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei die organische Trichlorsilanverbindung im Wesentlichen aus einem Alkyltrichlorsilan besteht.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei die organische Trichlorsilanverbindung im Wesentlichen aus einem Aryltrichlorsilan besteht.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei die organische Trichlorsilanverbindung aus der Gruppe ausgewählt ist, die aus Phenyltrichlorsilan, n-Propyltrichlorsilan und tert-Butyltrichlorsilan besteht.
10. Elektrolumineszente Lampe mit:
 - einer transparenten Elektrode;
 - einer die transparente Elektrode bedeckenden Phosphorschicht;
 - einer die Phosphorschicht bedeckenden dielektrischen Schicht; und
 - einer die dielektrische Schicht bedeckenden Rückelektrode;wobei die Phosphorschicht Phosphorteilchen umfasst, die eine feuchtigkeitsbeständige Beschichtung und eine Metalloxydbeschichtung aufweisen, die jedes Phosphorteilchen bedecken.
11. Lampe nach Anspruch 10, wobei die feuchtigkeitsbeständige Beschichtung durch Behandeln der Phosphorteilchen in einem fluidisierten Bett mit einer Mischung aus Wasserdampf und organischem Trichlorsilan ausgebildet ist.

40

Hierzu 7 Seite(n) Zeichnungen

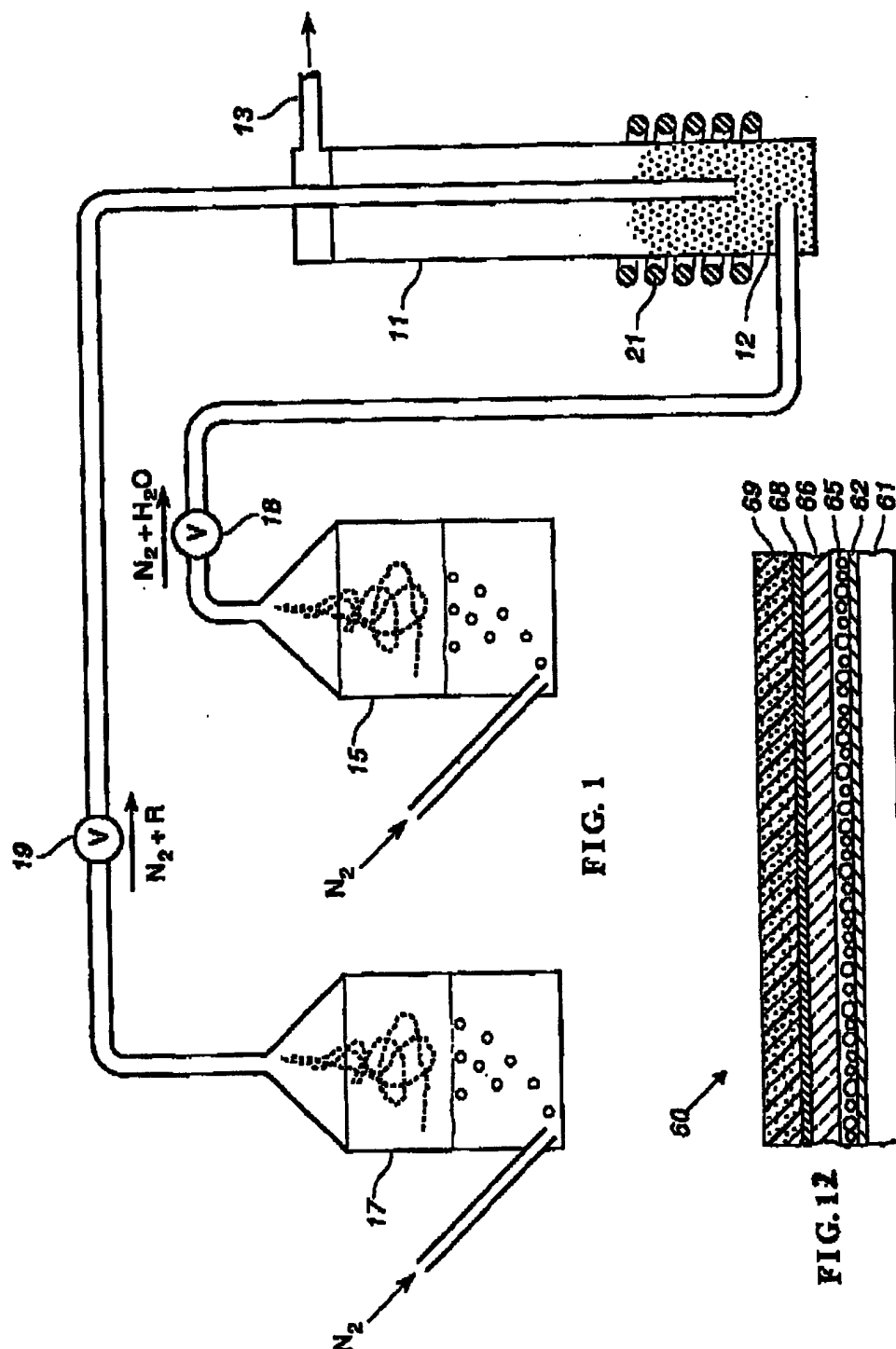
45

50

55

60

65



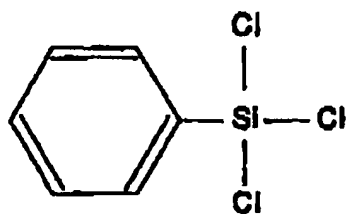


FIG. 2

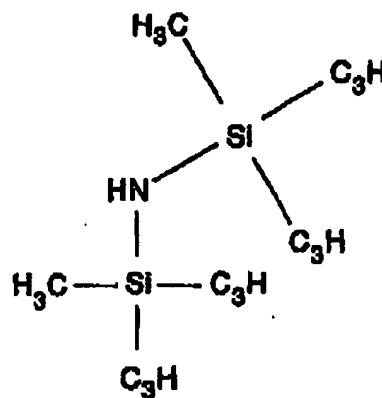


FIG. 5

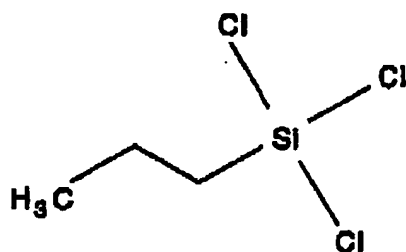


FIG. 3

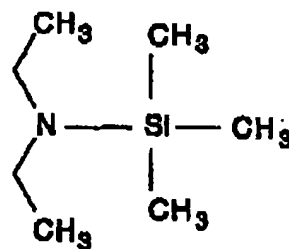


FIG. 6

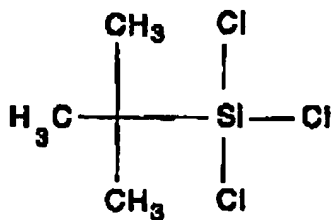
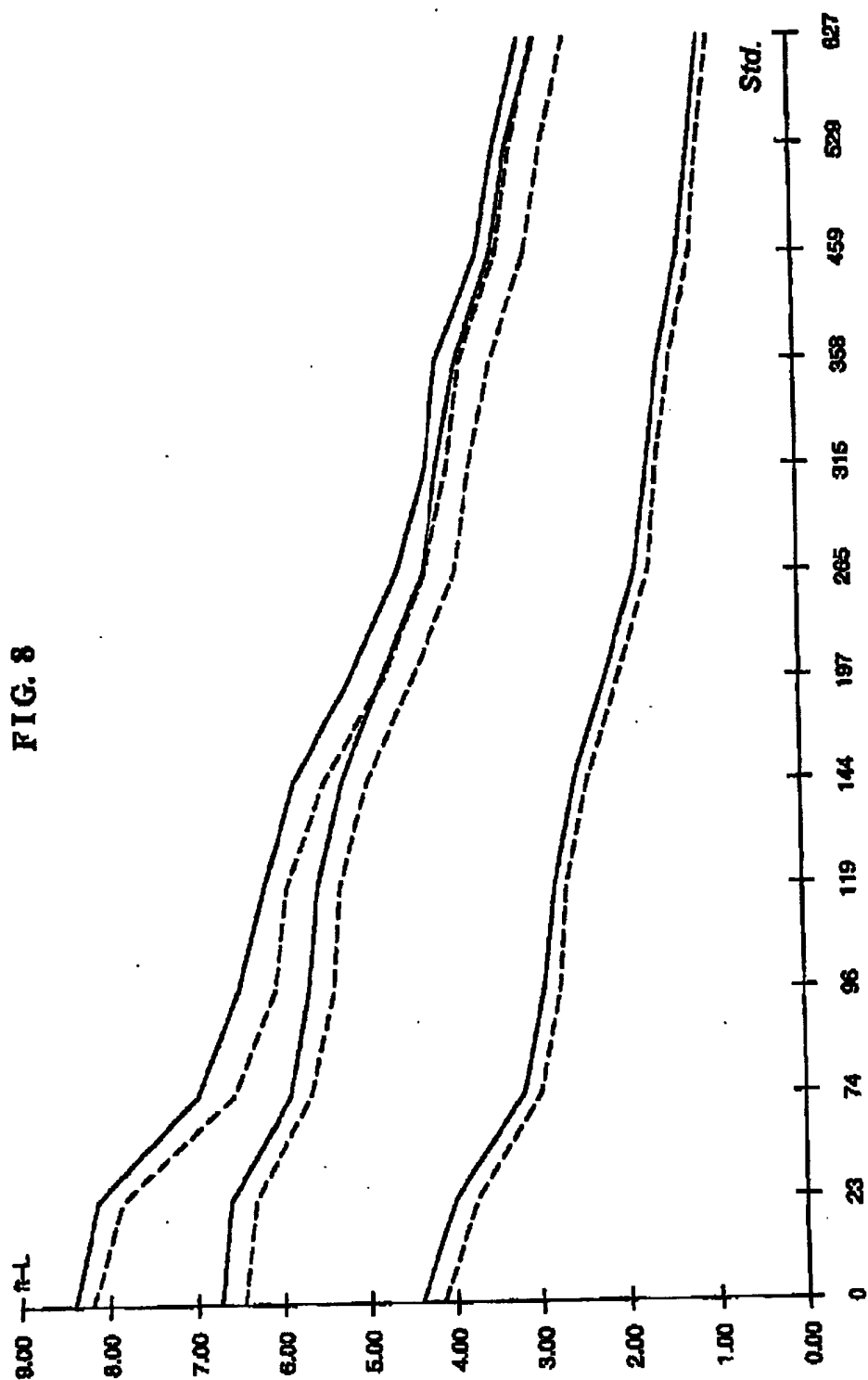
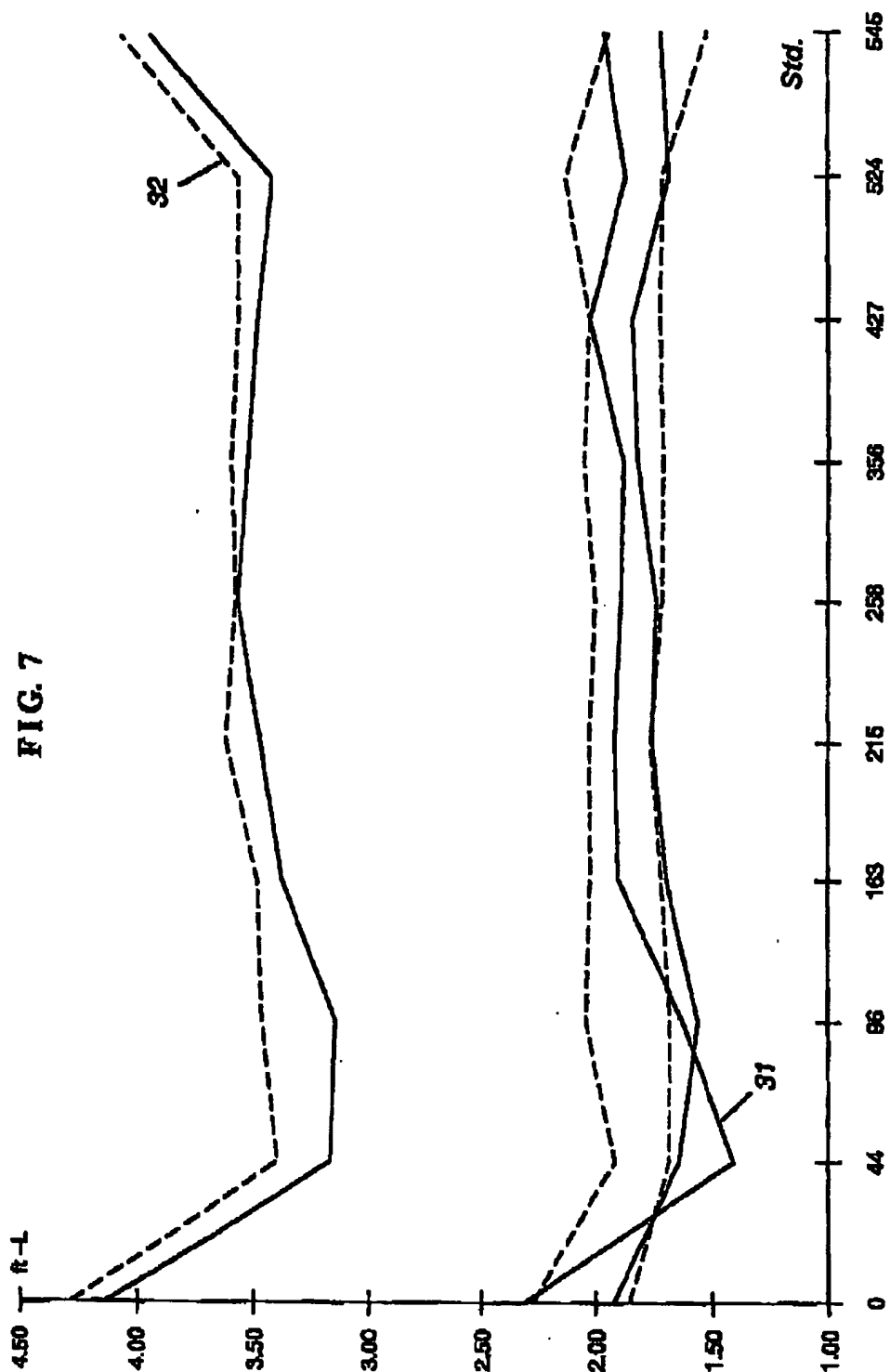


FIG. 4





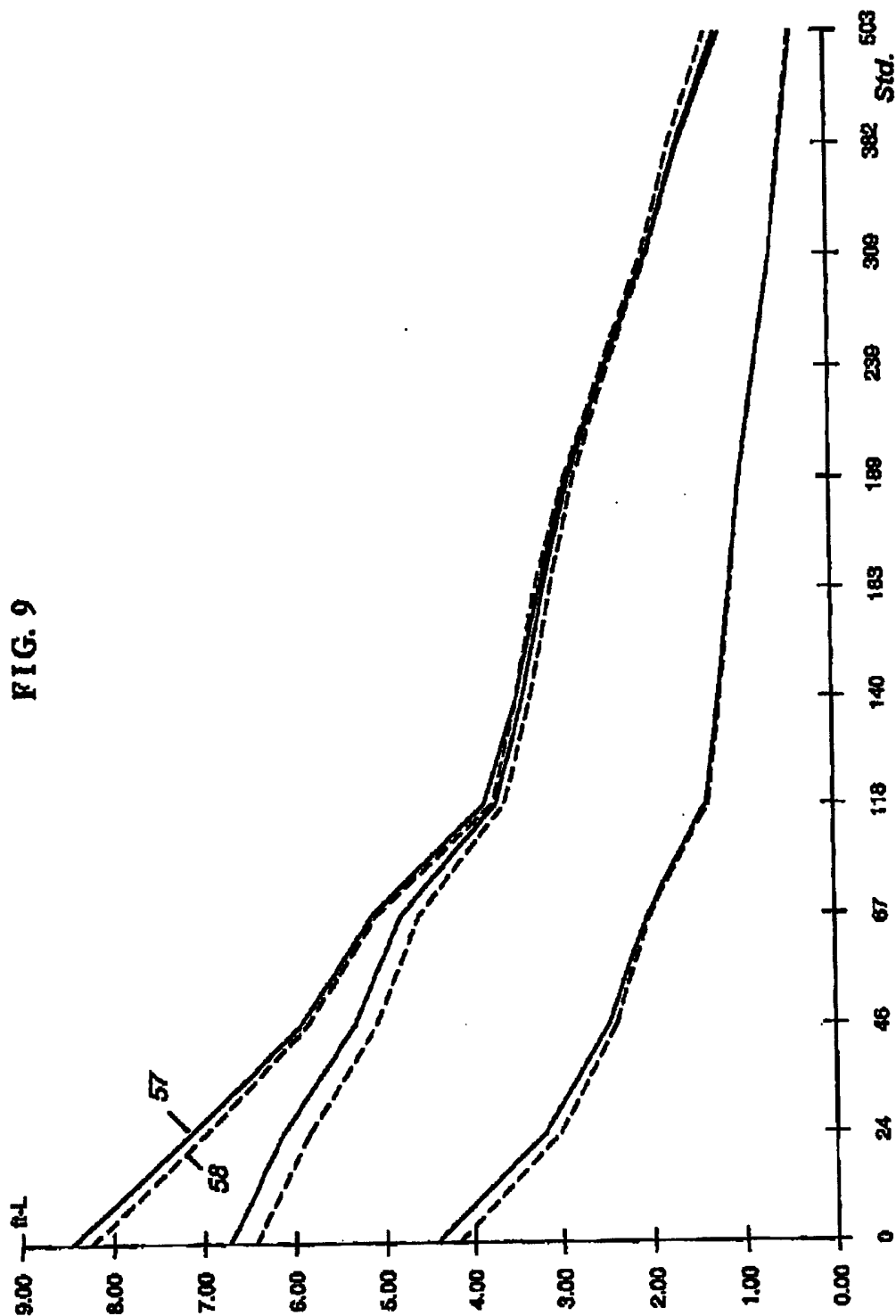


FIG. 10

